

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-232079

(43)Date of publication of application : 05.09.1997

(51)Int.Cl.

H05B 33/26

H01B 1/16

(21)Application number : 08-036236

(71)Applicant : IDEMITSU KOSAN CO LTD

(22)Date of filing : 23.02.1996

(72)Inventor : SHOJI HIROSHI
NAKAMURA HIROAKI
HOSOKAWA CHISHIO

(54) ORGANIC EL ELEMENT

(57)Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an organic EL(electroluminescence) element which has high electric power converting efficiency and is excellent in uniform light emitting performance and has a long element service life.

SOLUTION: In this organic EL element, a positive electrode, an organic substance layer of a single layer structure or a multilayer structure having a light emitting layer containing an organic light emitting material and a negative electrode are laminated in order on a base board. The negative electrode is formed by successively arranging two areas of an alloy area which contains alkaline metal or alkaline earth metal having a work function not more than 2.9eV by 0.5 to 5at.% in the total amount of the alkaline metal and the alkaline earth metal and has a thickness of 5 to 50nm and an upper metallic area composed of metal having a work function not less than 3.0eV in this order when viewed from the organic substance layer side. The oxygen existent concentration in the negative electrode is set not more than 1at%.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

29.07.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

上部金属領域はAl, Mg, Ag, Au, Cu, Zn, PbまたはSnからなることが好ましく、なかでもAlまたはAgからなることが好ましい。

(g) 合金領域の組成がMg-Srである場合上部金属領域はAl, Mg, Ag, Au, Cu, Zn, PbまたはSnからなることが好ましく、なかでもAl, MgまたはAgからなることが好ましい。

[0026] 上述した上部金属領域の厚さは特に限定されるものではないが、その厚さがあまりに薄いと下部に位置する前述の合金領域を保護する効に欠け、合金領域に含有されているアルカリ金属や仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属の存在により劣化が進行しやすい。一方、その厚さがあまりに厚いと製造時に熱によって素子が損傷を受けやすくなる。これらの理由から、上部金属領域の厚さは、その組成に応じて、概ね50～300 nmとすることが好ましく、概ね100～200 nmとすることが特に好ましい。上部金属領域の形成方法については後述する。

[0027] 本発明においては、前述した合金領域と上述した上部金属領域との2つの領域からなる陰極における酸素の存在濃度を、前述のように1 at%以下とする。ここで、本発明でいう「陰極における酸素の存在濃度が1 at%以下」とは、陰極中の任意の場所でも測定した酸素の存在濃度が1 at%以下であることを意味する。また、本明細でいう「合金領域における酸素の存在濃度が1 at%以下」とは、合金領域中の任意の場所でも測定した酸素の存在濃度が1 at%以下であることを意味し、「上部金属領域における酸素の存在濃度が1 at%以下」とは、上部金属領域中の任意の場所でも測定した酸素の存在濃度が1 at%以下であることを意味する。

[0028] 陰極、特に合金領域における酸素の存在濃度が1 at%を超え、有機EL素子に無発光点が生じ易くなり、無発光点が生じた場合には当該無発光点が素子の連続駆動に伴って増加、拡大することから、有機EL素子の均一発光性、輝度および素子寿命がそれぞれ低下する。

[0029] 本発明の有機EL素子では、前述した合金領域と上部金属領域との2つの領域からなる陰極における酸素の存在濃度が1 at%以下と低いので、アルカリ金属や仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属が実質的に酸化をうけていない状態で前記の合金領域に含有されている素子を容易に得ることができ、アルカリ金属や仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属が酸化をうけていなければ、これらの金属の電子注入性は高く、また、これらの金属の設置の含有量が0.5～5 at%という特定の量であることから、このような有機EL素子は電力変換効率が高く、また、無発光点が著しく少ない。したがって本発明の有機EL素子は、電力変換効率が高く、また、無発光点が著しく少ないものを容易に得ることができる有機EL素子である。無発光点が著しく

少ないということは、均一発光性に優れていることを意味する。さらに、前記の合金領域の外側に仕事関数3.0 eV以上の金属からなる上部金属領域が形成されていることから、当該上部金属領域によって合金領域中のアルカリ金属または仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属が保護される。その結果として、上述した陰極を備えている本発明の有機EL素子は、素子寿命の長いものを容易に得ることができる有機EL素子である。

[0030] 上述の特性を有する本発明の有機EL素子は、ページャや腕時計の表示用バックライト等の面光源、あるいは有機EL表示装置用の表示パネルの構成部材や画素等として好適である。

[0031] なお、本発明でいう「合金領域の組成」は、次のようにして分析したものを意味する。すなわち、基板に導電層、有機物層および陰極をこの順で順次形成して有機EL素子を得、この有機EL素子の陰極表面から有機物層側に向けて一定のスパッタレートでその表面をArイオンガンによりスパッタし、その際、ある一定の深さ毎に表面の組成をオージェ電子分光法(AES)および二次イオン質量分析法(SIMS)によって分析し(AESおよびSIMSによって、いわゆるデプスプロファイルの測定を行う。)、その結果に基づいて求めた組成を意味する。

[0032] このとき、AESではat%レベルで、含有金属の組成および不純物の同定を行う。またSIMSでは、目的とする組成の合金領域と同一の構成元素からなる組成比が異なる合金インゴットを数個あらかじめ作製し、組成が既知であるこれらの合金インゴットについてその組成をSIMSで分析して、アルカリ金属と第2金属とのシグナルカウント比および仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属と第2金属とのシグナルカウント比を求め、これらのシグナルカウント比と実際の組成比との相違をそれぞれ作成しておく。そして、有機EL素子についてのSIMSデプスプロファイルから、前記の各検査線に従って前記アルカリ金属および前記アルカリ土類金属についてのデプスプロファイルを求める(検査線法)。SIMSで定量性を確保するためには、検査線の作成に用いた前記の合金インゴット中に前記のアルカリ金属、アルカリ土類金属および第2金属の他に元素が含まれていないことが必要である(マトリックス効果)ので、この条件を確認するためにAESによる測定を併用して合金以外の成分が含まれていないことを確認したうえで、SIMSによる定量結果を信頼する。SIMSによって上述のようにして求められる組成比の妥当性は、陰極全体を抽出させてICP分析(誘導結合プラズマ発光分光分析)から求めた陰極全体における平均濃度により確認した。

[0033] 本発明の有機EL素子を構成する上述の陰極は、後述する有機物層上に合金領域を形成した後、当該合金領域上に上部金属領域を形成するか、上部金属領域

域を形成した後、当該上部金属領域上に合金領域を形成する(この場合には合金領域上に後述する有機物層が形成される。)ことによって、作製することができる。合金領域および上部金属領域は、それぞれ真空蒸着法(抵抗加熱蒸着法、電子ビーム蒸着法、高周波誘導加熱法、ホットウォール蒸着法等)、分子線エビタンス法、イオンプレーティング法、クラスターイオンビーム蒸着法、スパッタリング法等、通常の手法によって形成することができる。合金領域あるいは成分以上からなる上部金属領域を例えば真空蒸着法によって形成する場合、当該真空蒸着機は一元蒸着であつてもよい二元以上の多元素同時蒸着であつてもよい。同様のことは、合金領域あるいは2成分以上からなる上部金属領域を真空蒸着法以外の方法によって形成する場合についてもいえる。

[0034] いかなる方法によって陰極を形成する場合でも、有機物層上への合金領域の形成から当該合金領域上に上部金属領域を形成するまでの間に、または、合金領域の形成から当該合金領域上に有機物層を形成するまでの間に前記の合金領域が酸化することや素子バグダストが混入すること等を防止するうえから、合金領域と上部金属領域とを互いに異なる方法によって形成するよりも、合金領域と上部金属領域とを同じ方法、実用的には同一の装置によって、連続的に形成することが好ましい。ここで、本明細書でいう「合金領域と上部金属領域」とを連続的に形成する場合は、合金領域の形成から当該合金領域の形成と上部金属領域の形成とを連続的に形成するまでの間に、または、合金領域の形成から当該合金領域上に有機物層を形成するまでの間に合金領域が空気に触れないようにし、合金領域および上部金属領域もしくは有機物層の形成を順次行うことを意味する。

[0035] 上で例示した方法によって合金領域を形成するにあたっては、当該合金領域における酸素の存在濃度を1 at%以下にするうえから、下記(1)または(1)のようにして製造を行うことが好ましい。

(1) 製造時の雰囲気(以下「蒸着時真空度」という。)が5.0×10⁻⁷～5.0×10⁻⁵Torrである真空環境下で製造を行う場合には、(i) 前記雰囲気中の水ガスの分圧を四重極質量分析計の測定値で概ね3.0×10⁻⁷～3.0×10⁻⁵Torrとし、かつ、当該雰囲気中の酸素ガスの分圧を四重極質量分析計の測定値で前記水ガスの分圧の5%以下にして製造を行うか、または、(ii) 前記雰囲気中の水ガスの分圧を四重極質量分析計の測定値で概ね4.0×10⁻⁷～4.0×10⁻⁵Torrとし、かつ、当該雰囲気中、水素ガスの分圧が四重極質量分析計の測定値で水ガスの分圧よりも高い還元性雰囲気にして製造を行う。

(II) 蒸着時真空度が5×10⁻⁹～2.0×10⁻⁷Torrである高真空でない超高真空環境下で製造を行う。

[0036] 上記(1)または(II)のようにして合金領域の製造を行った場合でも、製造基板へのアルカリ金

属または仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属の入射頻度が酸素や水の入射頻度よりも高くなる製造条件であった場合には、酸素の存在濃度が1 at%以下である合金領域を形成することが困難になる。

[0037] 例えば、蒸着時真空度を5.0×10⁻⁷～5.0×10⁻⁵Torrとした一元の真空蒸着法によって合金領域を形成する場合、水晶振動子式厚膜計によって測定した蒸着速度(以下同じ。)を0.005～1.0 nm/sとすることにより、所望の金属組成比の合金領域を後述する有機物層上に安定に形成することができるが、蒸着時真空度を5×10⁻⁷Torrよりも高い圧力にして0.5～2 nm/sの蒸着速度で製造を行うと、酸素の存在濃度が1 at%以下である所望の金属組成比の合金領域を後述する有機物層上に形成することが困難になる。また、蒸着時真空度を5.0×10⁻⁷～5.0×10⁻⁵Torrとした多元の真空蒸着法によって合金領域を形成する場合、当該合金領域に含有させようとするアルカリ金属または仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属の蒸着速度を0.005～0.1 nm/s程度とすることにより、所望の金属組成比の合金領域を後述する有機物層上に安定に形成することが可能になるが、蒸着時真空度を1.0×10⁻⁷Torrよりも高い圧力にして0.005～0.1 nm/sの蒸着速度で製造を行うと、酸素の存在濃度が1 at%以下である所望の金属組成比の合金領域を後述する有機物層上に形成することが困難になる。

[0038] したがって、合金領域を形成するにあたっては、基板へのアルカリ金属または仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属の入射頻度および基板への酸素や水の入射頻度も考慮して、製造条件を適宜選択する。一元の真空蒸着法または多元の真空蒸着法によって合金領域を形成する際には、酸素の存在濃度を維持するために、0.5℃以下の精度で蒸着源温度を監視制御することが好ましい。

[0039] 一方、先に例示した方法によって上部金属領域を形成する場合には、当該上部金属領域にはアルカリ金属や仕事関数2.9 eV以下のアルカリ土類金属を含有させないことから、合金領域を形成する場合よりも容易に、酸素の存在濃度を1 at%以下にすることができ、る。

[0040] 真空蒸着法によって陰極を形成する場合、得られる膜(合金領域および上部金属領域)の厚さの均一性および基板以外に付着することによるロスと考慮すると、基板と蒸着源との間の距離は15～50 cmとすることが好ましい。

[0041] なお、本明細書でいうアルカリ金属およびアルカリ土類金属についての上記の「蒸着速度」は、後述する有機物層へのこれらの金属の付着確率が1であることから、実際に製造される堆積速度を意味しているわけではない。本発明者らの検討から、前記の付着確率

実施例1 (1) と全く同様にして電子注入層まで形成した後、蒸着時真空度 7.0×10^{-7} Torr、総蒸着速度 $1.4 \sim 1.5 \text{ nm/s}$ の条件で Mg と Ag とを $Mg:Ag=10:1$ の原子数比で電子注入層上に蒸着させて、膜厚 200 nm の陰極を形成した。陰極を形成するにあたっては、実施例1 (1) と同様にして蒸着材料の脱ガスおよび空とばしを行った。この陰極まで形成することにより、有機EL素子が得られた。

[0089] 上記の有機EL素子の電圧-陰極面積に6Vの直流電圧を印加したところ、 0.80 mA/cm^2 の電流が流れ、輝度 31 cd/m^2 の青色発光が得られた。このときの電力変換効率は 2.1 lm/W であった。また、輝度計での観測により (2)、発光面内にはわずかに無発光点が認められた。この有機EL素子によって輝度 120 cd/m^2 程度の発光を得るために要する電圧は7Vであり、同一層構成 (100 cd/m^2 付近) に於ける電力変換効率は実施例1および実施例2の各有機EL素子に比べて $1/2$ 以下であった。

[0090] この有機EL素子を実施例1 (2) と同様

表3

| 合母材におけるLi濃度 (at%) | 蒸着速度 (nm/s) | 合母材の厚さ (nm) |
|-------------------|-------------|-------------|
| 比較例2 | 0.5~1.5 | 20 |
| 比較例3 | 0.2~1.0 | 20 |

[0093] 上記の各有機EL素子に6Vの直流電圧を印加したときの輝度および電力変換効率、ならびにこれらの有機EL素子を実施例1 (2) と同条件で連続駆動したときに輝度が半減するに要した時間 (輝度半減時間) を下記表4に示す。さらに、実施例1 (3) と同様

表4

| 輝度 (cd/m ²) | 電力変換効率 (lm/W) | 輝度半減時間 (時間) | Li濃度 (at%) |
|-------------------------|---------------|-------------|------------|
| 比較例2 | 43 | 800 | 10 |
| 比較例3 | 24 | 1200 | 0.05 |

[0095] 表4に示すように、比較例2および比較例3の各有機EL素子は、合母材におけるLiの濃度が本発明における限定範囲外のものであり、これらの有機EL素子の電力変換効率は実施例1および実施例2の各有機EL素子より低く、また、輝度半減時間も実施例1および実施例2の各有機EL素子より短いものであった。なお、比較例2および比較例3のいずれの有機EL素子についても、陰極においてはAESによる組成分析で酸素は検出されなかった。また、発光の均一性に関しては、これらの有機EL素子は良好なものであった。

表5

[0096] 比較例4
主排気系が油蒸気ポンプであり、基板保持部付近にトランプ機構を有していない高真空蒸着装置を用い、かつ、合母材形成時の蒸着時真空度を 5×10^{-7} Torr、蒸着

件で連続駆動したところ、ほぼ 1000 時間においては短時間のうちにその輝度が半減した。この間、発光色度は変化しなかったが、無発光点の増加がわずかに観測された。また、上記と同様にして更にもう1個の有機EL素子を作製し、この有機EL素子を構成している陰極について、その組成をAESにより求めた。その結果、MgおよびAg以外に、陰極と電子注入層との界面付近においてMg酸化物起源の酸素が3at%程度検出され

[0091] 比較例2および比較例3
合母材を形成するにあたって、蒸着材料として下記表3に示すLi濃度のA-Li-Li合母材を用い、蒸着速度を表3に示す速度とし、かつ、合母材の厚さを表3に示す厚さとした以外は実施例1 (1) と全く同様にして、比較例毎に有機EL素子を得た。なお、合母材を形成するにあたっては、実施例1 (1) と同様にして蒸着材料の脱ガスおよび空とばしを行った。

表6

表7

[0092]
[0093] 上記の各有機EL素子に6Vの直流電圧を印加したときの輝度および電力変換効率、ならびにこれらの有機EL素子を実施例1 (2) と同条件で連続駆動したときに輝度が半減するに要した時間 (輝度半減時間) を下記表4に示す。さらに、実施例1 (3) と同様

表8

[0094]
[0095] 表4に示すように、比較例2および比較例3の各有機EL素子は、合母材におけるLiの濃度が本発明における限定範囲外のものであり、これらの有機EL素子の電力変換効率は実施例1および実施例2の各有機EL素子より低く、また、輝度半減時間も実施例1および実施例2の各有機EL素子より短いものであった。なお、比較例2および比較例3のいずれの有機EL素子についても、陰極においてはAESによる組成分析で酸素は検出されなかった。また、発光の均一性に関しては、これらの有機EL素子は良好なものであった。

表9

[0096] 比較例4
主排気系が油蒸気ポンプであり、基板保持部付近にトランプ機構を有していない高真空蒸着装置を用い、かつ、合母材形成時の蒸着時真空度を 5×10^{-7} Torr、蒸着

合母材と電子注入層との界面およびその近傍においてはAESによって $1 \sim 2 \text{ at\%}$ の酸素が検出されたので、合母材における前記のLi濃度は当該界面およびその近傍における値を除外したものである。前記の酸素は、炭素のシグナルが同時に検出されなかったことから、有機物起源ではない。

[0098] 上述のように、この有機EL素子の電力変換効率は実施例1および実施例2の各有機EL素子と同等ないしそれ以上であるが、輝度半減時間は上記のように 1000 時間と短い。また、当該有機EL素子には初期の段階で既に無発光点が存在した。これらの無発光点の存在は、合母材と電子注入層との界面およびその近傍に $1 \sim 2 \text{ at\%}$ の酸素が存在していることに起因するものと推察される。そして、無発光点の数は素子の連続駆動によって増加し、個々の無発光点は素子の連続駆動によって拡大した。

表10

[0099] 比較例5
比較例4で用いたと同じ高真空蒸着装置を用い、かつ、合母材形成時の蒸着時真空度を 1×10^{-7} Torr、蒸着速度を $2.0 \sim 3.0 \text{ nm/s}$ とした以外は実施例1

(1) と全く同様にして有機EL素子を得た。なお、合母材形成時の真空槽内の雰囲気は四重質量分析計で観測したところ、酸素ガスの分圧強度は水ガスの分圧強度の $1/10$ (7.0×10^{-7} Torr程度) であった。

[0100] 上記の有機EL素子に6Vの直流電圧を印加したときの輝度は 20 cd/m^2 であり、このときの電力変換効率は 4.63 lm/W であった。また、この有機EL素子を実施例1 (2) と同条件で連続駆動したところ、 1000 時間までの輝度が半減した。さらに、実施例1 (3) と同様にして合母材におけるLi濃度を求めたところ、 1.2 at\% であった。ただし、合母材と電子注入層との界面およびその近傍においてはAESによって 3 at\% の酸素が検出されたので、合母材における前記のLi濃度は当該界面およびその近傍における値を除外したものである。前記の酸素は、炭素のシグナルが同時に検出されなかったことから、有機物起源ではない。

[0101] 上述のように、この有機EL素子の電力変換効率は実施例1および実施例2の各有機EL素子と同等ないしそれ以上であるが、輝度半減時間は上記のように 1000 時間と短い。また、当該有機EL素子には初期の段階で既に無発光点が存在した。これらの無発光点の存在は、合母材と電子注入層との界面およびその近傍に 3 at\% の酸素が存在していることに起因するものと推察される。そして、無発光点の数は素子の連続駆動によって増加し、個々の無発光点は素子の連続駆動によって拡大した。

表11

[0102] 実施例3
(1) 有機EL素子の作製
実施例1 (1) と全く同様にして電子注入層まで形成し

た後、蒸着材料としてA1とLiとを用いた二元同時蒸着法により蒸着時真空度 5.0×10^{-7} Torr、A1の蒸着速度 2.0 nm/s 、Liの蒸着速度 0.01 nm/s の条件で厚さ 50 nm の合母材を形成した。当該合母材を形成するにあたっては、実施例1 (1) と同様にして各蒸着材料の脱ガスおよび空とばしを行った。その後、実施例1 (1) と全く同様にしてA1からなる厚さ 200 nm の上部金属領域を形成して、有機EL素子を得た。

表12

[0103] (2) 有機EL素子の発光試験
上記 (1) で得られた有機EL素子の陰極-陰極間に6Vの直流電圧を印加したところ、 1.63 mA/cm^2 の電流が流れ、輝度 167 cd/m^2 の青色発光が得られた。このときの電力変換効率は 5.36 lm/W であった。また、目視および輝度計で観測する限りでは発光面内に無発光点は認められず、実施例1 (1) で作製した有機EL素子と同様に発光の均一性に優れていた。上記の有機EL素子を実施例1 (2) と同条件で連続駆動したところ、その輝度が半減するまでにはほぼ 2500 時間という長時間を要した。この間、発光色度は変化せず、無発光点の発生も認められなかった。

表13

[0104] (3) 陰極の組成分析
上記 (1) と同様にして更にもう1個の有機EL素子を作製し、この有機EL素子を構成している陰極について、その組成を実施例1 (3) と同様にして分析した。その結果、陰極においては実施例1 (3) と同様AESでは酸素は検出されなかった。また、SIMSによって測定した合母材中のLi濃度は 0.8 at\% であった。

表14

[0105] 実施例4
(1) 有機EL素子の作製
上部金属領域形成時の蒸着材料としてPbを用い、かつ、上部金属領域形成時の蒸着時真空度を 1.2×10^{-7} Torr、蒸着速度を 2.0 nm/s とした以外は実施例1 (1) と全く同様にして、有機EL素子を得た。

表15

[0106] (2) 有機EL素子の発光試験
上記 (1) で得られた有機EL素子の陰極-陰極間に6Vの直流電圧を印加したところ、 1.52 mA/cm^2 の電流が流れ、輝度 153 cd/m^2 の青色発光が得られた。このときの電力変換効率は 5.27 lm/W であった。また、目視および輝度計で観測する限りでは発光面内に無発光点は認められず、実施例1 (1) で作製した有機EL素子と同様に発光の均一性に優れていた。上記の有機EL素子を実施例1 (2) と同条件で連続駆動したところ、その輝度が半減するまでにはほぼ 2450 時間という長時間を要した。この間、発光色度は変化せず、無発光点の発生も認められなかった。

表16

[0107] (3) 陰極の組成分析
上記 (1) と同様にして更にもう1個の有機EL素子を作製し、この有機EL素子を構成している陰極につい

て、その組成を実施例1(3)と同様にして分析した。その結果、陰極においては実施例1(3)と同様にAE Sでは酸素は検出されなかった。また、SIMSによって測定した合金領域中のLi濃度は0.6at%であった。

【0108】実施例5～実施例7

(1) 有機EL素子の作製

実施例1(1)と全く同様にして合金領域まで形成した後、蒸着材料としてそれぞれ下記表5に示す材料を用いた以外は実施例1(1)と同じ条件で厚さ200nmの

表5

| | 上部金属領域形成時の蒸着材料 | 有機EL素子 |
|------|------------------------|---------------|
| 例 | | 輝度半減時間 (時間) |
| | 度 (cd/m ²) | 電力変換効率 (lm/W) |
| 実施例5 | Ag | 120 5.15 2400 |
| 実施例6 | Zn | 115 5.10 2500 |
| 実施例7 | Sn | 100 4.93 2300 |

【0111】表5に示したように、実施例5、実施例6および実施例7のいずれの有機EL素子においても、その電力変換効率は5.15lm/W、5.10lm/Wまたは4.93lm/Wと高い。また、これらの有機EL素子の輝度半減時間は2400時間、2500時間または3000時間と長い。さらに、これらの有機EL素子は、目視および輝度計で観察する限り発光面内に無発光点は認められず、実施例1(1)で作製した有機ELと同様に発光の均一性に優れていた。なお、実施例5、実施例6および実施例7のいずれの有機EL素子においても、連続駆動の間に発光色度は変化せず、無発光点の発生も認められなかった。

【0112】(3) 陰極の組成分析

上記(1)と同様にして実施例毎に更にもう1個の有機EL素子を作製し、これらの有機EL素子を作成している陰極について、その組成を実施例1(3)と同様にそれぞれ分析した。その結果、いずれの有機EL素子についても陰極においては実施例1(3)と同様にAESでは酸素は検出されなかった。また、SIMSによって測定した合金領域中のLi濃度は、実施例5の有機EL素子においては0.6at%、実施例6および実施例7の有機EL素子においてはそれぞれ0.5at%であった。

【0113】実施例8～実施例9

(1) 有機EL素子の作製

| 例 | 度 (cd/m ²) | 電力変換効率 (lm/W) | 輝度半減時間 (時間) |
|------|------------------------|---------------|-------------|
| 実施例8 | 85 | 4.56 | 2400 |
| 実施例9 | 56 | 3.85 | 2200 |

表7

【0117】表7に示したように、実施例8および実施

上部金属領域を形成して、実施例毎に有機EL素子を得た。

【0109】(2) 有機EL素子の発光試験

上記の有機EL素子のそれぞれについて、陰極～陰極間に6Vの直流電圧を印加したときの輝度および電力変換効率、ならびに実施例1(2)と同条件で連続駆動したときにその輝度が半減するの要した時間(輝度半減時間)を下記表6に示す。

【0110】

【表5】

効率は4.56lm/Wまたは3.85lm/Wと高い。また、これらの有機EL素子の輝度半減時間は2400時間または2200時間と長い。さらに、これらの有機EL素子は、目視および輝度計で観察する限り発光面内に無発光点は認められず、実施例1(1)で作製した有機ELと同様に発光の均一性に優れていた。なお、実施例8および実施例9のいずれの有機EL素子においても、連続駆動の間に発光色度は変化せず、無発光点の発生も認められなかった。

【0118】(3) 陰極の組成分析

上記(1)と同様にして実施例毎に更にもう1個の有機EL素子を作製し、これらの有機EL素子を作成している陰極について、その組成を実施例1(3)と同様にそれぞれ分析した。その結果、いずれの有機EL素子についても陰極においては実施例1(3)と同様にAESでは酸素は検出されなかった。また、SIMSによって測定した合金領域中のLi濃度は、実施例8の有機EL素子においては2.5at%であり、実施例9の有機EL素子においては1.3at%であった。

【0119】実施例10～実施例11

表8

| 例 | 度 (cd/m ²) | 電力変換効率 (lm/W) | 輝度半減時間 (時間) |
|-------|------------------------|---------------|-------------|
| 実施例10 | 80 | 4.93 | 2300 |
| 実施例11 | 87 | 4.85 | 2500 |

【0122】表8に示したように、実施例10および実施例11のいずれの有機EL素子においても、その電力変換効率は4.93lm/Wまたは4.85lm/Wと高い。また、これらの有機EL素子の輝度半減時間は2300時間または2500時間と長い。さらに、これらの有機EL素子は、目視および輝度計で観察する限り発光面内に無発光点は認められず、実施例1(1)で作製した有機ELと同様に発光の均一性に優れていた。なお、実施例10および実施例11のいずれの有機EL素子においても、連続駆動の間に発光色度は変化せず、無発光点の発生も認められなかった。

【0123】(3) 陰極の組成分析

上記(1)と同様にして実施例毎に更にもう1個の有機EL素子を作製し、これらの有機EL素子を作成してい

(1) 有機EL素子の作製

実施例1(1)と全く同様にして電子注入層まで形成した後、実施例10ではA1と仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金属の1つであるCaとかならなる合金母材(Caの濃度=5at%)を、実施例11ではA1と仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金属の1つであるSrとかならなる合金母材(Srの濃度=5at%)を蒸着材料としてそれぞれ用い、かつ、蒸着速度を1.2～1.3nm/sとした以外は実施例1(1)と全く同様にして合金領域を形成した。その後、実施例1(1)と全く同様にして上部金属領域を形成して、実施例毎に有機EL素子を得た。

【0120】(2) 有機EL素子の発光試験

上記の有機EL素子のそれぞれについて、陰極～陰極間に6Vの直流電圧を印加したときの輝度および電力変換効率、ならびに実施例1(2)と同じ条件で連続駆動したときにその輝度が半減するの要した時間(輝度半減時間)を下記表8に示す。

【0121】

【表8】

【0122】表8に示したように、その組成を実施例1(3)と同様にそれぞれ分析した。その結果、いずれの有機EL素子についても陰極においては実施例1(3)と同様にAESでは酸素は検出されなかった。また、実施例10の有機EL素子についてはSIMSによって測定した合金領域中のCa濃度は1.5at%であり、実施例11の有機EL素子についてはSIMSによって測定した合金領域中のSr濃度は3.2at%であった。

【0124】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば電力変換効率が高く、均一発光性に優れ、かつ、素子寿命の長い有機EL素子を容易に提供することが可能になる。